

日本特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 8月26日

出願番号

Application Number:

特願2002-245830

[ST.10/C]:

[JP2002-245830]

出願人

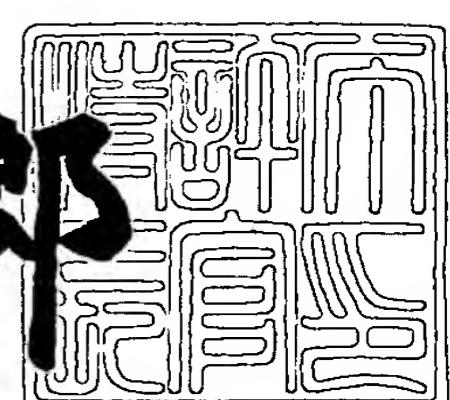
Applicant(s):

ジェイエスアール株式会社

2003年 5月 6日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3032849

【書類名】 特許願  
 【整理番号】 P2632-9984  
 【提出日】 平成14年 8月26日  
 【あて先】 特許庁長官 殿  
 【国際特許分類】 B24B 37/00  
 H01L 21/304

## 【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区築地2丁目11番24号 ジェイエスアール株式会社内

【氏名】 岡本 隆浩

## 【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区築地2丁目11番24号 ジェイエスアール株式会社内

【氏名】 長谷川 亨

## 【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区築地2丁目11番24号 ジェイエスアール株式会社内

【氏名】 川橋 信夫

## 【特許出願人】

【識別番号】 000004178

【氏名又は名称】 ジェイエスアール株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100094190

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 小島 清路

【電話番号】 052-682-8361

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100111752

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 谷口 直也

【電話番号】 052-682-8361

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 019471

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9808090

【包括委任状番号】 0103242

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 研磨パッド用組成物及びこれを用いた研磨パッド

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非水溶性マトリックスと該非水溶性マトリックス中に分散された水溶性粒子とを含有する研磨パッド用組成物において、該非水溶性マトリックスは架橋1, 2-ポリブタジエンと、架橋1, 2-ポリブタジエン及び架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体の両方を除く他の架橋重合体とを含有し、該架橋1, 2-ポリブタジエンは、該非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に10質量%以上であることを特徴とする研磨パッド用組成物。

【請求項2】 非水溶性マトリックスと該非水溶性マトリックス中に分散された水溶性粒子とを含有する研磨パッド用組成物において、該非水溶性マトリックスは架橋1, 2-ポリブタジエンと架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体とを含有し、該架橋1, 2-ポリブタジエンは該非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に10質量%以上であり、且つ、該架橋1, 2-ポリブタジエンは該架橋1, 2-ポリブタジエンと該架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体との合計を100質量%とした場合に50質量%以上であることを特徴とする研磨パッド用組成物。

【請求項3】 上記非水溶性マトリックスは、更に、架橋1, 2-ポリブタジエン及び架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体の両方を除く他の架橋重合体を含有する請求項2記載の研磨パッド用組成物。

【請求項4】 上記他の架橋重合体は、架橋ポリエチレン重合体、架橋アクリロニトリル-スチレン-ブタジエン共重合体、及び架橋スチレン-ブタジエン-スチレン共重合体のうちの少なくとも1種である請求項1又は3に記載の研磨パッド用組成物。

【請求項5】 請求項1乃至4のうちのいずれか1項に記載の研磨パッド用組成物からなる研磨部を備えることを特徴とする研磨パッド。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、研磨パッド用組成物及びこれを用いた研磨パッドに関する。更に詳しくは、成形性及び耐摩耗性に優れた研磨パッド用組成物及びこれを用いた研磨パッドに関する。本発明は、半導体装置の製造において広く利用される。特に半導体ウェハ等の表面の化学機械研磨等において好適である。

## 【0002】

## 【従来の技術】

近年、平坦面を形成する方法としてChemical Mechanical Polishing (CMP) が注目されている。CMPでは研磨パッドと被研磨面とを摺動させながら、砥粒が分散された水系分散体であるスラリーを研磨パッド表面に供給し、研磨パッド表面に開口する穴（以下、「ポア」という）にスラリーを滞留させて研磨が行われる。

## 【0003】

本発明者らは、架橋重合体を含有する研磨パッド用組成物を用いた研磨パッドが優れた性能を発揮できることを見出した。この技術は特開2001-334455号公報にて開示されている。そのほか、従来より知られている研磨パッド等に関する技術として、特表平8-500622号公報、特開2000-34416号公報、特開2000-33552号公報及び特開2000-34416号公報等がある。しかし、各種性能の更なる向上を図る必要がある。

## 【0004】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記実情に鑑みてなされたものであり、成形性及び耐摩耗性に優れた研磨パッド用組成物及びこれを用いた研磨パッドを提供することを目的とする。

## 【0005】

## 【課題を解決するための手段】

本発明は、下記（1）～（4）の研磨パッド用組成物及びこれを用いた研磨パッドを提供する。

（1） 非水溶性マトリックスと該非水溶性マトリックス中に分散された水溶性粒子とを含有する研磨パッド用組成物において、該非水溶性マトリックスは架橋1, 2-ポリブタジエンと、架橋1, 2-ポリブタジエン及び架橋エチレン-酢

酸ビニル共重合体の両方を除く他の架橋重合体とを含有し、該架橋1, 2-ポリブタジエンは、該非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に10質量%以上であることを特徴とする研磨パッド用組成物。

(2) 非水溶性マトリックスと該非水溶性マトリックス中に分散された水溶性粒子とを含有する研磨パッド用組成物において、該非水溶性マトリックスは架橋1, 2-ポリブタジエンと架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体とを含有し、該架橋1, 2-ポリブタジエンは該非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に10質量%以上であり、且つ、該架橋1, 2-ポリブタジエンは該架橋1, 2-ポリブタジエンと該架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体との合計を100質量%とした場合に50質量%以上であることを特徴とする研磨パッド用組成物。

(3) 上記非水溶性マトリックスは、更に、架橋1, 2-ポリブタジエン及び架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体の両方を除く他の架橋重合体を含有する上記(2)に記載の研磨パッド用組成物。

(4) 上記他の架橋重合体は、架橋ポリエチレン重合体、架橋アクリロニトリルースチレン-ブタジエン共重合体、及び架橋スチレン-ブタジエン-スチレン共重合体のうちの少なくとも1種である上記(1)又は上記(3)に記載の研磨パッド用組成物。

(5) 上記(1)乃至上記(4)のうちのいずれかに記載の研磨パッド用組成物からなる研磨部を備えることを特徴とする研磨パッド。

#### 【0006】

#### 【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳しく説明する。

#### [1] 架橋PBD及び他の架橋重合体を含有する研磨パッド用組成物

上記「非水溶性マトリックス」は、後述する研磨パッドの研磨部、更には研磨パッド全体（以下、併せて「研磨部及び研磨パッド」ともいう）を構成する母相である。この非水溶性マトリックスには後述する水溶性粒子が分散されて含有される。また、非水溶性マトリックスには架橋1, 2-ポリブタジエン（以下、単に「架橋PBD」ともいう）が含有され、架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体（

以下、単に「架橋EVA」ともいう)は含有されず、架橋PBD及び架橋EVAの両方を除く他の架橋重合体が含有される。

## 【0007】

上記「架橋1, 2-ポリブタジエン」は、非水溶性マトリックスに弹性回復力を付与でき、研磨時に研磨部及び研磨パッドにかかるずり応力による変位を小さく抑えることができる。このため、研磨時及びドレッシング時に非水溶性マトリックスが過度に引き延ばされ塑性変形してポアが埋まることや毛羽立ちが短期間で潰れることを抑制できる。即ち、良好な研磨状態を長く維持でき、また、ドレッシング時にはポアを効率よく形成できる。また、ドレッシングによって研磨部及び研磨パッドの表面が過度に毛羽立つことも抑制でき、研磨平坦性が阻害されない。

## 【0008】

架橋PBDの含有量は、非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に、10質量%以上であり、15質量%以上であることが好ましく、20質量%以上であることがより好ましく、30質量%以上であることが特に好ましい。但し、通常、95質量%以下である。架橋PBDの含有量が10質量%未満であると上記架橋PBDを含有する効果が十分に発揮され難い場合がある。

この架橋PBDは、どのような方法で架橋されたものであってもよい。即ち、例えば、有機過酸化物、硫黄、硫黄化合物等を用いて化学架橋されたものであってもよく、加熱により熱架橋されたものであってもよく、電子線照射等により放射線架橋されたものであってもよく、更にはこれらのうちの2種以上の架橋方法により架橋されたものであってもよい。

## 【0009】

上記「他の架橋重合体」は、非水溶性マトリックスに含有される架橋PBD及び架橋EVAを除く架橋重合体である。他の架橋重合体が含有されることにより、(1)成形性が向上される。この成形性とは、成形のし易さ及びハンドリング性等を含むものである。例えば、金型内に非水溶性マトリックスとなる未架橋物を充填し、架橋剤等を用いて金型内にて架橋させ、その後、得られた成形体(研磨パッド及び研磨層等)を脱型する工程を行う場合がある。この脱型を行う時に

成形体が割れたり、欠けたりすることを確実に防止できる。また、(2) 優れた耐摩耗性が付与される。このため、長寿命な研磨部及び研磨パッドを得ることができる。

## 【0010】

この他の架橋重合体の種類は特に限定されない。他の架橋重合体としては、熱可塑性樹脂、エラストマー、ゴム及び硬化性樹脂（熱硬化性樹脂、光硬化性樹脂等、熱、光等により、硬化される樹脂）等の未架橋重合体のうちの1種が架橋されてなる架橋重合体や、これらの未架橋重合体のうちの2種以上が共架橋されてなる架橋重合体等を挙げることができる。これらは単独で又は組み合わせて用いることができる。

熱可塑性樹脂としては、ポリエチレン等のポリオレフィン系樹脂（EVAを除く）、アクリロニトリルースチレンーブタジエン共重合体（ABS樹脂等）、ポリスチレン系樹脂、ポリアクリル系樹脂{（メタ）アクリレート系樹脂等}、ビニルエステル系樹脂（EVAを除く）、飽和ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、フッ素樹脂（ポリフッ化ビニリデン等）、ポリカーボネート系樹脂、ポリアセタール系樹脂等が挙げられる。

## 【0011】

エラストマーとしては、ポリオレフィン系エラストマー（EVAを除く）、スチレン系エラストマー{スチレンーブタジエンースチレン共重合体、その水素添加ブロック共重合体（SEBS）等}、熱可塑性ポリウレタン系エラストマー、熱可塑性ポリエステル系エラストマー、ポリアミド系エラストマー、シリコーン樹脂系エラストマー、フッ素樹脂系エラストマー等が挙げられる。

## 【0012】

ゴムとしては、ブタジエン系ゴム（高シスブタジエンゴム、低シスブタジエンゴム等）、イソブレン系ゴム、スチレンーブタジエン系ゴム、スチレンーイソブレン系ゴム等の共役ジエン系ゴム、アクロルニトリルーブタジエン系ゴム等のニトリル系ゴム、アクリル系ゴム、エチレンープロピレン系ゴム、エチレンープロピレンージエン系ゴム等のエチレン- $\alpha$ -オレフィン系ゴム、及び、ブチルゴムやシリコーンゴムやフッ素ゴム等のその他のゴムが挙げられる。

硬化性樹脂としては、ウレタン系樹脂、エポキシ系樹脂、(メタ)アクリル系樹脂、不飽和ポリエステル系樹脂、ポリウレタン-ウレア系樹脂、ウレア系樹脂、ケイ素系樹脂、フェノール系樹脂等が挙げられる。

#### 【0013】

これら他の架橋重合体は、前記架橋PBDと同様にどのような方法で架橋されたものであってもよい。また、これらの他の架橋重合体は、架橋PBDと共に架橋されていてもよく、共架橋されていなくてもよい。また、これらの他の架橋重合体は、酸無水物基、カルボキシル基、ヒドロキシル基、エポキシ基、アミノ基等により変性された重合体であってもよい。変性により、架橋PBDや、後述する水溶性粒子や、スラリーとの親和性を調節することができる。

#### 【0014】

上記他の架橋重合体の中でも、ポリエチレン樹脂、アクリロニトリル-ステレン-ブタジエン共重合体、ステレン-ブタジエン-スチレン共重合体、ポリアクリル系樹脂、ビニルエステル系樹脂、飽和ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂及びポリアセタール系樹脂のうちの少なくとも1種が架橋又は共架橋された架橋重合体が好ましい。これらの架橋重合体は、成形性及び耐摩耗性を向上させる効果が大きい。また、吸水による軟化が少なく、スラリー中に含有される酸やアルカリに対して安定である。

これら他の架橋重合体の含有量は、非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に、5質量%以上であることが好ましく、10質量%以上であることがより好ましく、20質量%以上であることが特に好ましい。但し、他の架橋重合体は90質量%以下である。他の架橋重合体の含有量が5質量%未満であると前記(1)及び(2)の効果が十分に発揮されない場合がある。

#### 【0015】

上記架橋PBD及び他の架橋重合体の好ましい含有量は各々の組合せとすることができる。即ち、例えば、架橋PBDが10~95質量%であり且つ他の架橋重合体が5~90質量%であることが好ましく、架橋PBDが15~95質量%であり且つ他の架橋重合体が5~85質量%であることがより好ましく、架橋PBDが20~90質量%であり且つ他の架橋重合体が10~80質量%であるこ

とが特に好ましく、架橋PBDが30～80質量%であり且つ他の架橋重合体が20～70質量%であることがとりわけ好ましい。

## 【0016】

本発明の研磨パッド用組成物を構成する非水溶性マトリックスは、上記のように架橋PBDを非水溶性マトリックスに対して10質量%以上含有し、且つ他の架橋重合体を含有することにより、JIS K 6251に準じて非水溶性マトリックスからなる試験片を80℃において破断させた場合に、破断後に残留する伸び（以下、単に「破断残留伸び」という）を100%以下とすることができます。即ち、破断した後の標線間合計距離が破断前の標線間距離の2倍以下となる。この破断残留伸びは30%以下（更に好ましくは10%以下、とりわけ好ましくは5%以下、通常0%以上）であることがより好ましい。破断残留伸びが100%を超えると、研磨時及び面更新時に研磨部及び研磨パッドの表面から掻き取られた又は引き延ばされた微細片がポアを塞ぎ易くなる傾向にあり好ましくない。尚、この「破断残留伸び」とは、JIS K 6251「加硫ゴムの引張試験方法」に準じて、試験片形状ダンベル状3号形、引張速度500mm／分、試験温度80℃で引張試験を行い試験片を破断させた場合に、破断して分割された試験片の各々の標線から破断部までの合計距離から、試験前の標線間距離を差し引いた距離の伸び率である。また、実際の研磨においては摺動により発熱するため温度80℃における試験である。

## 【0017】

尚、本発明の研磨パッド用組成物には、架橋PBD及び他の架橋重合体以外に、未架橋重合体を含有してもよい。未架橋重合体としては、未架橋1, 2-ポリブタジエン及び未架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体の他、前記他の架橋重合体として挙げた熱可塑性樹脂、エラストマー、ゴム及び硬化性樹脂等の未架橋重合体を挙げることができる。

## 【0018】

上記「水溶性粒子」は、水系分散体であるスラリーと接触することにより非水溶性マトリックスから脱離するものであり、非水溶性マトリックス中に分散されている。この水溶性粒子が脱離することにより非水溶性マトリックスにはポアが

形成される。水溶性粒子の脱離は、スラリー中に含有される水等との接触により溶解することで生じてもよく、この水等を含有して膨潤し、ゲル状となることで生じるものであってもよい。更に、この溶解又は膨潤は水によるものばかりでなく、メタノール等のアルコール系溶剤を含有する水系混合媒体との接触によるものであってもよい。

## 【0019】

水溶性粒子は、ポアを形成する以外にも、研磨部及び研磨パッドの押し込み硬さを大きくし、押圧による被研磨体の押し込み量を小さくする効果を有する。即ち、例えば、水溶性粒子を含有することにより研磨部及び研磨パッドのショアD硬度は35以上（より好ましくは50～90、更に好ましくは60～85、通常100以下）にすることができる。ショアD硬度が35以上であると、被研磨体に負荷できる圧力を大きくでき、これに伴い研磨速度を向上させることができる。更に加えて、高い研磨平坦性が得られる。従って、この水溶性粒子は、研磨部及び研磨パッドの十分な押し込み硬さを確保できる中実体であることが特に好ましい。

## 【0020】

水溶性粒子を構成する水溶性化合物の種類は特に限定されないが、例えば、有機系水溶性化合物及び無機系水溶性化合物を挙げることができる。有機系水溶性化合物としては、糖類（シクロデキストリン、デキストリン及びでんぶん等の多糖類、乳糖、マンニット等）、セルロース類（ヒドロキシプロピルセルロース、メチルセルロース等）、蛋白質、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸塩、ポリエチレンオキサイド、水溶性の感光性樹脂、スルホン化ポリイソプレン、スルホン化ポリイソプレン共重合体等を挙げることができる。更に、無機系水溶性化合物としては、酢酸カリウム、硝酸カリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、塩化カリウム、臭化カリウム、リン酸カリウム、硝酸マグネシウム等を挙げることができる。これらの水溶性化合物は単独又は2種以上を組み合わせて用いることができる。更に、水溶性粒子は、所定の水溶性化合物からなる1種の水溶性粒子であってもよく、異なる水溶性化合物からなる2種以上の水溶性粒子であってもよい。

## 【0021】

また、水溶性粒子の平均粒径は0.1～500μm（より好ましくは0.5～100μm、更に好ましくは1～50μm）とすることが好ましい。即ち、ポアの大きさは0.1～500μm（より好ましくは0.5～100μm、更に好ましくは1～50μm）であることが好ましい。水溶性粒子の平均粒径が0.1μm未満であると、形成されるポアの大きさが使用する砥粒より小さくなるためスラリーを十分に保持できる研磨部及び研磨パッドが得難くなる傾向にある。一方、500μmを超えると、形成されるポアの大きさが過大となり、得られる研磨部及び研磨パッドの機械的強度及び研磨速度が低下する傾向にある。

## 【0022】

この水溶性粒子の含有量は、非水溶性マトリックスと水溶性粒子との合計を100体積%とした場合に、水溶性粒子は10～90体積%（より好ましくは12～60体積%、更に好ましくは15～45体積%）であることが好ましい。水溶性粒子の含有量が10体積%未満であると、得られる研磨部及び研磨パッドにおいてポアが十分に形成されない場合があり、研磨速度が低下する場合がある。一方、90体積%を超えて水溶性粒子を含有する場合は、得られる研磨部及び研磨パッドに内包された水溶性粒子が連鎖的に膨潤又は溶解することを十分に防止でき難くなる傾向にあり、研磨部及び研磨パッドの硬度及び機械的強度を適正な値に保持し難くなる。

## 【0023】

また、水溶性粒子は、研磨部及び研磨パッド内において表層に露出した場合にのみ水溶し、研磨部及び研磨パッドの内部では吸湿し、更には膨潤しないことが好ましい。このため水溶性粒子は最外部の少なくとも一部に吸湿を抑制する外殻を備えることができる。この外殻は水溶性粒子に物理的に吸着していても、水溶性粒子と化学結合していても、更にはこの両方により水溶性粒子に接していてもよい。このような外殻を形成する材料としては、エポキシ樹脂、ポリイミド、ポリアミド、ポリシリケート等を挙げることができる。尚、この外殻は水溶性粒子の表面の一部のみに形成されていても十分に上記効果を得ることができる。

## 【0024】

上記非水溶性マトリックスは、水溶性粒子との親和性並びに非水溶性マトリックス中における水溶性粒子の分散性を制御するため、相溶化剤を含有することができる。相溶化剤としては、酸無水物基、カルボキシル基、ヒドロキシル基、エポキシ基、オキサゾリン基及びアミノ基等により変性された重合体、ブロック共重合体、並びにランダム共重合体、更に、種々のノニオン系界面活性剤、カップリング剤等を挙げることができる。

## 【0025】

更に、非水溶性マトリックス及び/又は水溶性粒子中に、従来からスラリーに含有されている磁粒、酸化剤、アルカリ金属の水酸化物、酸、使用時に酸を発生する塩、pH調節剤、界面活性剤及びスクラッチ防止剤等の1種又は2種以上を含有することができる。これにより研磨時に水のみを供給して研磨を行うことも可能となる。

上記磁粒としては、シリカ、アルミナ、セリア、ジルコニア及びチタニア等からなる粒子を挙げることができる。これらは1種又は2種以上を用いることができる。

上記酸化剤としては、過酸化水素、過酢酸、過安息香酸、tert-ブチルハイドロパーオキサイド等の有機過酸化物、過マンガン酸カリウム等の過マンガン酸化合物、重クロム酸カリウム等の重クロム酸化合物、ヨウ素酸カリウム等のハロゲン酸化合物、硝酸及び硝酸鉄等の硝酸化合物、過塩素酸等の過ハロゲン酸化合物、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩、並びにヘテロポリ酸等が挙げられる。これらの酸化剤のうちでは、分解生成物が無害である過酸化水素及び有機過酸化物の他、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩が特に好ましい。これらは1種又は2種以上を用いることができる。

## 【0026】

上記アルカリ金属の水酸化物としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化ルビジウム、及び水酸化セシウム等が挙げられる。これらは1種又は2種以上を用いることができる。

上記酸としては有機酸及び無機酸が挙げられる。このうち有機酸としては、パラトルエンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、イソプレンスルホン酸、

グルコン酸、乳酸、クエン酸、酒石酸、リンゴ酸、グリコール酸、マロン酸、ギ酸、シユウ酸、コハク酸、フマル酸、マレイン酸及びフタル酸等が挙げられる。また、無機酸としては、硝酸、塩酸及び硫酸等が挙げられる。これら酸は1種又は2種以上を用いることができる。

上記塩としては、上記酸のアンモニウム塩、ナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩、カルシウム塩、マグネシウム塩等のアルカリ土類金属塩等が挙げられる。これらは1種又は2種以上を用いることができる。

#### 【0027】

上記界面活性剤としては、カチオン系、アニオン系及びノニオン系を挙げることができる。このうちカチオン系界面活性剤としては、脂肪族アミン塩、脂肪族アンモニウム塩等が挙げられる。また、アニオン系界面活性剤としては、脂肪酸石鹼、アルキルエーテルカルボン酸塩等のカルボン酸塩、アルキルベンゼンズルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩等のスルホン酸塩、高級アルコール硫酸エステル塩、アルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩等の硫酸エステル塩、アルキルリン酸エステル塩等のリン酸エステル塩などが挙げられる。更に、ノニオン系界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル等のエーテル型、グリセリンエステルのポリオキシエチレンエーテル等のエーテルエステル型、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、グリセリンエステル、ソルビタンエステル等のエステル型などが挙げられる。これらは1種又は2種以上を用いることができる。

#### 【0028】

上記スクラッチ防止剤としては、ビフェノール、ビピリジル、2-ビニルピリジン及び4-ビニルピリジン、サリチルアルドキシム、 $\alpha$ -フェニレンジアミン及びm-フェニレンジアミン、カテコール、 $\alpha$ -アミノフェノール、チオ尿素、N-アルキル基含有(メタ)アクリルアミド、N-アミノアルキル基含有(メタ)アクリルアミド、7-ヒドロキシ-5-メチル-1,3,4-トリアザインドリジン、5-メチル-1H-ベンゾトリアゾール、フタラジン、メラミン及び3-アミノ-5,6-ジメチル-1,2,4-トリアジン等が挙げられる。これら

は1種又は2種以上を用いることができる。

## 【0029】

また、非水溶性マトリックスは、上記相溶化剤、上記従来からスラリーに含有されている各種材料以外に、充填剤、軟化剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帶電防止剤、滑剤、可塑剤等の各種の添加剤を含有することができる。このうち充填剤としては炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、クレー等の剛性を向上させる材料、及びシリカ、アルミナ、セリア、チタニア、ジルコニア、二酸化マンガン、三酸化二マンガン、炭酸バリウム等の研磨効果を備える材料等を用いてもよい。

## 【0030】

前述の研磨パッド用組成物は、未架橋非水溶性マトリックスと未架橋非水溶性マトリックス中に分散された水溶性粒子とを含有する未架橋研磨パッド用組成物を架橋処理して得ることができる。更に、この未架橋非水溶性マトリックスは未架橋1, 2-ポリブタジエンと、未架橋1, 2-ポリブタジエン及び未架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体の両方を除く他の未架橋重合体を含有し、未架橋1, 2-ポリブタジエンは未架橋非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に10質量%以上であり、架橋処理により未架橋1, 2-ポリブタジエン及び他の未架橋重合体の各々の少なくとも一部が架橋されるものとすることができる。

## 【0031】

未架橋非水溶性マトリックスは、架橋処理されて前記非水溶性マトリックスとなる。未架橋PBDは、架橋処理時に少なくとも一部が架橋される。架橋された部分は前記架橋PBDとなる。未架橋非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に未架橋PBDの含有量は、10質量%以上であり、15質量%以上であることが好ましく、20質量%以上であることがより好ましく、30質量%以上であることが特に好ましい。未架橋PBDの含有量が10質量%未満であると、架橋後の非水溶性マトリックス中に含有される架橋PBDの量が10質量%未満となる場合があり、架橋PBDが含有される効果が十分に得られ難くなる場合がある。

## 【0032】

架橋PBD及び架橋EVAを除く他の未架橋重合体は、架橋処理時に少なくとも一部が架橋され、前記他の架橋重合体となる。他の未架橋重合体としては、前述の熱可塑性樹脂、エラストマー、ゴム及び硬化性樹脂等の未架橋物を挙げることができる。更に、他の未架橋重合体は前記と同様に変性されていてもよい。これらは1種のみであってもよく、2種以上であってもよい。

これらの未架橋重合体の中でも、ポリエチレン樹脂、アクリロニトリルースチレンーブタジエン共重合体、スチレンーブタジエンースチレン共重合体、ポリアクリル系樹脂、ビニルエステル系樹脂、飽和ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂及びポリアセタール系樹脂の未架橋重合体のうちの少なくとも1種が好ましい。これらは1種のみであってもよく、2種以上であってもよい。これらが好ましい理由は前述の通りである。

他の未架橋重合体の含有量は、未架橋非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に、5質量%以上であることが好ましく、10質量%以上であることがより好ましく、20質量%以上であることが特に好ましい。但し、他の未架橋重合体は90質量%以下である。他の未架橋重合体の含有量が5質量%未満であると得られる研磨パッドにおいて前記(1)及び(2)の効果が十分に発揮されない場合がある。

## 【0033】

上記未架橋PBD及び他の未架橋重合体の好ましい含有量は各々の組合せとすることができる。即ち、例えば、未架橋PBDが10~95質量%であり且つ他の未架橋重合体が5~90質量%であることが好ましく、未架橋PBDが15~95質量%であり且つ他の未架橋重合体が5~85質量%であることがより好ましく、未架橋PBDが20~90質量%であり且つ他の未架橋重合体が10~80質量%であることが特に好ましく、未架橋PBDが30~80質量%であり且つ他の未架橋重合体が20~70質量%であることがとりわけ好ましい。

## 【0034】

架橋処理は、未架橋PBD及び他の未架橋重合体の少なくとも一部を架橋する処理である。この架橋処理においては、未架橋PBDと他の未架橋重合体とは共

架橋されても、共架橋されなくてもよい。また、未架橋PBDの架橋と他の未架橋重合体の架橋とを同時に行ってもよく、いずれか一方を先に行い他方を後から行ってもよい。また、架橋を行う方法は特に限定されず、有機過酸化物、硫黄、硫黄化合物等を用いて化学架橋、加熱により熱架橋、及び電子線照射等により放射線架橋などにより行うことができる。これらの中でも、架橋効率が良好であるため有機過酸化物を用いた架橋を行うことが好ましい。

更に、この架橋処理は、架橋処理後の非水溶性マトリックス中の架橋PBDの量が10質量%以上となるものであり、未架橋PBDの架橋度が5%以上となるものであることが好ましく、10%以上となるものであることがより好ましく、15%以上となるものであることが特に好ましい。更には、架橋度が100%となってもよい。

#### 【0035】

また、未架橋研磨パッド用組成物を得る方法は特に限定されないが、例えば、所定の有機材料等の必要な材料を混練機等により混練して得ることができる。混練機としては従来より公知のものを用いることができる。例えば、ロール、ニーダー、バンバリーミキサー、押出機（単軸、多軸）等の混練機を挙げることができる。但し、混練する際には、混練し易いように加熱して混練されるが、この時の温度において水溶性化合物が固体であることが好ましい。固体であることにより、未架橋非水溶性マトリックスとの相溶性の大きさに関わらず水溶性粒子を前記の好ましい平均粒径で分散させることができる。従って、使用する未架橋非水溶性マトリックスの加工温度により、水溶性粒子の種類を選択することが好ましい。

#### 【0036】

〔2〕架橋PBD、架橋EVA及び他の架橋重合体を含有する研磨パッド用組成物

上記「非水溶性マトリックス」は、研磨パッドの研磨部、更には研磨パッド全体を構成する母相である。この非水溶性マトリックスには水溶性粒子が分散されて含有される。また、非水溶性マトリックスは少なくとも架橋PBDと架橋EVAとを含有する。

## 【0037】

上記「架橋1, 2-ポリブタジエン」は、前記〔1〕と同様な効果を付与でき、良好な研磨状態を長く維持でき、ドレッシング時にはポアを効率よく形成でき、研磨平坦性が阻害されない。架橋PBDの含有量は、非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に、10質量%以上であり、15質量%以上であることが好ましく、20質量%以上であることがより好ましく、30質量%以上であることが特に好ましい。但し、通常、95質量%以下である。架橋PBDの含有量が10質量%未満であると上記架橋PBDを含有する効果が十分に発揮され難い場合がある。架橋PBDは前記〔1〕と同様に架橋の方法は限定されない。

## 【0038】

上記「架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体」は、これが含有されることにより（1）優れた成形性を付与される。この成形性とは、成形のし易さ及びハンドリング性等を含むものである。例えば、金型内に非水溶性マトリックスとなる未架橋物を充填し、架橋剤等を用いて金型内にて架橋させ、その後、得られた成形体（研磨部及び研磨パッド）を脱型する工程を行う場合がある。この脱型を行う時に成形体が割れたり、欠けたりすることを確実に防止できる。また、（2）優れた耐摩耗性が付与される。このため、長寿命な研磨パッドを得ることができる。

## 【0039】

更に、（3）縦弾性率の温度依存性が低減される。特に、縦弾性率が温度に対してより緩やかに変化するように改善され、特定の温度範囲で急激に縦弾性率が変化することが抑制できる。温度依存性が低減されることにより研磨時の温度上昇により非水溶性マトリックスが過度に軟化することを防止でき、研磨速度の低下を抑制できる。更に、温度に対してより緩やかに変化することにより軟化具合を予測でき、研磨初期からの研磨性能を保持させ易く、研磨を安定して行うことができる。

## 【0040】

この架橋EVAの含有量は、非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に、5質量%以上であることが好ましく、10質量%以上であることがより好ましく、20質量%以上であることが特に好ましく、30質量%以上であるこ

とがとりわけ好ましい。但し、架橋EVAは架橋PBDとの合計を100質量%とした場合に架橋EVAが50質量%未満となる範囲で含有される。

また、架橋EVAの酢酸ビニル単位の含有量は特に限定されないが、通常、3質量%以上である。3質量%未満であると縦弾性率の温度依存性を低減する効果が十分に得られ難くなる場合がある。この酢酸ビニル単位の含有量は5～50質量%であることが好ましく、5～30質量%であることがより好ましく、10～30質量%であることが特に好ましい。酢酸ビニル単位の含有量が50質量%を超えると、過架橋となり易く、十分な韌性を保持し難くなる場合がある。また、前記架橋PBDと同様にどのような方法で架橋されたものであってもよい。

#### 【0041】

更に、非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に、架橋PBDの含有量( $X_1$ )と架橋EVAの含有量( $Y_1$ )との好ましい組合せとしては、例えば、 $X_1$ が10質量%を超え $Y_1$ が5質量%以上であり且つ $\{X_1 / (X_1 + Y_1) \times 100\} > 50$ であることが好ましく、 $X_1$ が20質量%を超え $Y_1$ が10質量%以上であり且つ $\{X_1 / (X_1 + Y_1) \times 100\} > 50$ であることがより好ましく、 $X_1$ が30質量%を超え $Y_1$ が15質量%以上であり且つ $\{X_1 / (X_1 + Y_1) \times 100\} > 50$ であることが特に好ましく、 $X_1$ が40質量%を超え、 $Y_1$ が20質量%以上であり且つ $\{X_1 / (X_1 + Y_1) \times 100\} > 50$ であることがとりわけ好ましい。

#### 【0042】

本発明の研磨パッド用組成物には、架橋PBD及び架橋EVA以外に他の重合体を含有することができる。他の重合体としては、前記〔1〕に挙げた熱可塑性樹脂、エラストマー、ゴム及び硬化性樹脂等の未架橋重合体や、これらの未架橋重合体のうちの1種が架橋されてなる架橋重合体や、これらの未架橋重合体のうちの2種以上が共架橋されてなる架橋重合体等を挙げることができる。中でも、ポリエチレン樹脂、アクリロニトリルースチレンーブタジエン共重合体、スチレンーブタジエンースチレン共重合体、ポリアクリル系樹脂、ビニルエステル系樹脂、飽和ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂及びポリアセタール系樹脂のうちの少なくとも1種が好ましいことも同様である（架橋及び未架橋は限定されな

い)。

これらの他の架橋重合体は、前記架橋PBDと同様にどのような方法で架橋されたものであってもよい。また、これらの他の架橋重合体は、架橋PBDや架橋EVAと共に架橋されていてもよく、共架橋されていなくてもよい。また、これらの他の架橋重合体は、酸無水物基、カルボキシル基、ヒドロキシル基、エポキシ基、アミノ基等により変性された重合体であってもよい。変性により、架橋PBDや、架橋EVAや、水溶性粒子や、スラリーとの親和性を調節することができる。

#### 【0043】

本発明の研磨パッド用組成物を構成する非水溶性マトリックスは、上記のように架橋PBDを非水溶性マトリックスに対して10質量%以上含有し、且つ架橋EVAを含有することにより、前記【1】と同様に破断残留伸びを100%以下とすることができます。

更に、架橋EVAを含有することで、温度0~80°Cの間の縦弾性率の変化量を1000MPa以下（更には800MPa以下、特に600MPa以下）に抑えることができる。これにより、特に研磨時及びドレッシング時に摺動等による発熱によって研磨部及び研磨パッドが過度に軟化することが防止される。

また、温度20~50°Cの間では、温度差10°Cの間における縦弾性率の変化量を500MPa以下（更には400MPa以下、特に200MPa以下）に抑えることができる。これにより、非水溶性マトリックスの温度依存性はより緩やかに変化することとなり、温度による軟化具合を予測し易く、研磨状態を制御し易くなる。

この縦弾性率は、引張りモードでの縦断性率を測定することができる粘弾性測定器等を用いて、初期負荷100g、最大ひずみ0.01%、周波数0.2Hzとして測定した場合の値である。

#### 【0044】

上記「水溶性粒子」は、前記【1】における水溶性粒子をそのまま適用できる。また、非水溶性マトリックスは前記【1】と同様に相溶化剤を含有できる。更に、非水溶性マトリックス及び／又は水溶性粒子中は前記【1】と同様に従来か

らスラリーに含有されている砥粒、酸化剤、アルカリ金属の水酸化物、酸、使用時に酸を発生する塩、pH調節剤、界面活性剤及びスクラッチ防止剤等の1種又は2種以上を含有できる。

## 【0045】

この〔2〕に記載の研磨パッド用組成物は、未架橋非水溶性マトリックスと未架橋非水溶性マトリックス中に分散された水溶性粒子とを含有する未架橋研磨パッド用組成物を架橋処理して得ることができる。更に、この未架橋非水溶性マトリックスは未架橋PBDと未架橋EVAとを含有し、未架橋PBDは未架橋非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に10質量%以上であり、未架橋PBDは未架橋PBDと未架橋EVAとの合計を100質量%とした場合に50質量%以上であり、且つ、架橋処理により未架橋1,2-ポリブタジエン及び未架橋EVAの各々の少なくとも一部が架橋されるものとすることができる。

## 【0046】

未架橋非水溶性マトリックスは、架橋処理されて前記非水溶性マトリックスとなる。未架橋PBDは、架橋処理時に少なくとも一部が架橋される。架橋された部分は前記架橋PBDとなる。未架橋非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に未架橋PBDの含有量は、10質量%以上であり、15質量%以上であることが好ましく、20質量%以上であることがより好ましく、30質量%以上であることが特に好ましい。未架橋PBDの含有量が10質量%未満であると、架橋後の非水溶性マトリックス中に含有される架橋PBDの量が10質量%未満となる場合があり、架橋PBDが含有される効果が十分に得られ難くなる場合がある。

## 【0047】

未架橋EVAは、架橋処理時に少なくとも一部が架橋される。架橋された部分は前記架橋EVAとなる。未架橋非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に未架橋EVAの含有量は5質量%以上であることが好ましく、10質量%以上であることがより好ましく、20質量%以上であることが特に好ましく、30質量%以上であることがとりわけ好ましい。但し、未架橋EVAは未架橋PBDとの合計を100質量%とした場合に未架橋PBDが50質量%以上となる

範囲で含有される。未架橋EVAの含有量が5質量%未満であると架橋後の非水溶性マトリックス中に含有される架橋EVAが5質量%未満となる場合があり、架橋EVAが含有される効果が十分に得られ難くなる場合がある。

また、未架橋EVAの酢酸ビニル単位の含有量は特に限定されないが、前述の架橋EVAと同様な理由から前述の範囲とすることが好ましい。

#### 【0048】

また、非水溶性マトリックス全体を100質量%とした場合に、未架橋PBDの含有量( $X_2$ )と未架橋EVAの含有量( $Y_2$ )との好ましい組合せとしては、例えば、 $X_2$ が10質量%を超え $Y_2$ が5質量%以上であり且つ $\{X_2 / (X_2 + Y_2) \times 100\} > 50$ であることが好ましく、 $X_2$ が20質量%を超え $Y_2$ が10質量%以上であり且つ $\{X_2 / (X_2 + Y_2) \times 100\} > 50$ であることがより好ましく、 $X_2$ が30質量%を超え $Y_2$ が15質量%以上であり且つ $\{X_2 / (X_2 + Y_2) \times 100\} > 50$ であることが特に好ましく、 $X_2$ が40質量%を超え、 $Y_2$ が20質量%以上であり且つ $\{X_2 / (X_2 + Y_2) \times 100\} > 50$ であることがとりわけ好ましい。

#### 【0049】

更に、未架橋非水溶性マトリックスには、未架橋PBD及び未架橋EVA以外にも他の重合体を含有することができる。他の重合体としては、前記〔1〕に挙げた熱可塑性樹脂、エラストマー、ゴム及び硬化性樹脂等の未架橋重合体や、これらの未架橋重合体のうちの1種が架橋されてなる架橋重合体や、これらの未架橋重合体のうちの2種以上が共架橋されてなる架橋重合体等を挙げることができる。中でも、ポリエチレン樹脂、アクリロニトリルースチレンーブタジエン共重合体、スチレンーブタジエンースチレン共重合体、ポリアクリル系樹脂、ビニルエステル系樹脂、飽和ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂及びポリアセタール系樹脂の未架橋物うちの少なくとも1種が好ましい。

#### 【0050】

架橋処理は、未架橋PBD及び未架橋EVAの少なくとも一部を架橋する処理である。この架橋処理においては、未架橋PBDと未架橋EVAとは共架橋されても、共架橋されなくてもよい。また、未架橋PBDの架橋と未架橋EVAの架

橋とを同時にあってもよく、いずれか一方を先に行い他方を後から行ってもよい。また、架橋を行う方法は特に限定されず、有機過酸化物、硫黄、硫黄化合物等を用いて化学架橋、加熱により熱架橋、及び電子線照射等により放射線架橋などにより行うことができる。これらの中でも、架橋効率が良好であるため有機過酸化物を用いた架橋を行うことが好ましい。

更に、この架橋処理は、架橋処理後の非水溶性マトリックス中の架橋PBDの量が10質量%以上となるものであり、未架橋PBD及び未架橋EVAの架橋度が各々5%以上となるものであることが好ましく、10%以上となるものであることがより好ましく、15%以上となるものであることが特に好ましい。更には、各々の架橋度が100%となってもよい。

#### 【0051】

また、未架橋研磨パッド用組成物を得る方法は特に限定されず、前記【1】と同様にして得ることができる。更に、使用する未架橋非水溶性マトリックスの加工温度により、水溶性粒子の種類を選択することが好ましいことも前記【1】と同様である。

#### 【0052】

##### 【3】研磨パッド

本発明の研磨パッドは、本発明の研磨パッド用組成物からなる研磨部を備える。上記「研磨部」は、研磨パッドの全部又は一部であって、研磨パッドの研磨に供される側の面の全部又は一部を構成する。この研磨部はスラリーや水等の供給により被研磨体に対して研磨効果を発揮できる部分である。研磨パッドのうち研磨部により構成される大きさは特に限定されないが、研磨パッドの研磨に供される側の面の少なくとも50%以上（より好ましくは80%以上、更に好ましくは90%以上）であることが好ましい。研磨部により構成される部分が上記面の50%未満であるとこの研磨部を備える効果が十分に発揮され難い場合がある。

#### 【0053】

また、本発明の研磨パッドは、本発明の研磨パッド用組成物からなる研磨部以外に他の機能を有する部分を備えることができる。他の機能を有する部分としては、例えば、光学式終点検出装置を用いて終点を検出するための窓部等を挙げる

ことができる。窓部としては、例えば、厚さ2mmにおいて、波長100～300nmの間のいずれかの波長の光の透過率が0.1%以上（好ましくは2%以上）であるか、又は、波長100～3000nmの間のいずれかの波長域における積算透過率が0.1%以上（好ましくは2%以上）である材料を用いることができる。

更に、本発明の研磨パッドは、本発明の研磨パッド用組成物からなる研磨部以外にも他の研磨パッド用組成物からなる研磨部を備えることもできる。

#### 【0054】

この研磨パッドの形状は特に限定されないが、例えば、円盤状、ベルト状、ローラー状等とすることができます、研磨装置に応じて適宜選択することが好ましい。また、使用前における研磨パッドの大きさも特に限定されないが、円盤状の研磨パッドでは、例えば、直径0.5～500cm（更に1.0～250cm、特に20～200cm）、厚さ0.1～100mm（特に1～10mm）とすることができます。また、本発明の研磨パッドの研磨面には、必要に応じて溝を設けることができる。溝を備えることによりスラリーを研磨面の隅々に行き渡らせ、また、一時的に滞留させる効果を発揮できる。更に、研磨時に生じる研磨屑等の廃棄物を効率よく排出する経路となる。溝の形状は特に限定されず、環状、螺旋状、格子状、ドットパターン状等とすることができます。

また、本発明の研磨パッドの製造方法は特に限定されないが、金型を用いて成形することができます。また、シート状に成形した後、所定の形状に打ち抜いて得ることができます。更に、ブロック状に成形した後、所定の形状にスライスして得ることができます。

#### 【0055】

##### 【4】複層型研磨パッド

本発明の研磨パッドと、この研磨パッドの裏面側（研磨に供される面の反対面側）に配された支持層とを備えることにより複層型研磨パッドを得ることができる。

支持層は、研磨パッドを裏面側で支える層である。この支持層の特性は特に限定されないが、研磨パッドに比べてより軟質であることが好ましい。より軟質な

支持層を備えることにより、研磨パッドの厚さが薄い（例えば、0.5 mm以下）場合であっても、研磨時に研磨パッドが浮き上がることや、研磨パッドの表面が湾曲すること等を防止でき、安定して研磨を行うことができる。この支持層の硬度は、研磨パッドの硬度の90%以下（更には80%以下、特に70%以下、通常10%以上）であることが好ましい。更には、ショアD硬度において70以下（より好ましくは60以下、更に好ましくは50以下、通常1以上）であることが好ましい。

#### 【0056】

また、支持層は、多孔質体（発泡体）であっても、非多孔質体であってもよい。更に、その平面形状は特に限定されず、研磨パッドと同じであっても異なっていてもよい。この支持層の平面形状としては、例えば、円形、多角形（四角形等）などとすることができます。また、その厚さも特に限定されないが、例えば、0.1～5 mm（更に好ましくは0.5～2 mm）とすることができます。但し、例えば、研磨パッドが光学式終点検出装置を用いて終点を検出するための窓部を備える場合には、この窓部を透過する光を遮らないように、研磨パッドと同様な窓部又は同じ窓部を備えることや、窓部を備えず光が通過する切り欠かれた形状とすることもできる。

#### 【0057】

支持層を構成する材料も特に限定されないが、所定の形状及び性状への成形が容易であり、適度な弾性等を付与できることなどから有機材料を用いることが好ましい。有機材料としては、前記研磨パッドにおける非水溶性マトリックスを構成する各種重合体を適用することができます。但し、支持層を構成する有機材料は架橋重合体であっても、未架橋重合体であってもよい。

また、支持層は1層のみを備えていてもよく、2層以上を備えていてもよい。また、この支持層と研磨パッドとは直接接して積層されていてもよく、他の層を介して積層されていてもよい。更に、支持層は、研磨パッド又は他の層に接着剤、接着材（接着テープ等）などにより接着されていてもよく、部分的に溶融されることにより一体的に接合されていてもよい。

#### 【0058】

これらの本発明の研磨パッドや、複層型研磨パッドは、前記架橋PBDを含有することにより弾性回復力が付与される。加えて、他の架橋重合体を含有することにより優れた成形性及び耐摩耗性が付与される。このため、CMPにおいて特に高い平坦性が要求されるSTI、Al及びCu等のメタル配線、Al、Cu及びW等を用いたビアプラグ、層間絶縁膜（酸化膜、Low-k及びBPSG等）、窒化膜（TaN及びTiN等）、ポリシリコン、ベアシリコン等の研磨に好適である。

## 【0059】

## 【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

## 〔1〕研磨パッドの製造

## 実施例1

未架橋1,2-ポリブタジエン（ジェイエスアール株式会社製、品名「JSR RB830」）70質量部と、未架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体（東ソー株式会社製、品名「ウルトラセン630」）30質量部と、水溶性粒子である $\beta$ -サイクロデキストリン（横浜国際バイオ研究所株式会社製、品名「デキシパール $\beta$ -100」、平均粒径 $20\text{ }\mu\text{m}$ ）40質量部と、を $160^{\circ}\text{C}$ に調温された二軸押し出し機を用いて混練した。その後、有機過酸化物（日本油脂株式会社製、品名「パークミルD40」）1.0質量部を添加してさらに混練した。この混練物を $170^{\circ}\text{C}$ 調温された金型内で18分間保持して架橋処理を行い、直径60cm、厚さ3mmの研磨パッドを得た。得られた研磨パッドにおいて、熱分解ガスクロマトグラフ法（以下、単に「Py-GC」という）による非水溶性マトリックス中の1,2-ポリブタジエンの含有量は72質量%であった。更に、研磨パッド全体を100体積%とした場合の水溶性粒子の体積割合は約21体積%であった（非水溶性マトリックスと水溶性粒子との合計を100体積%とした場合も同じ）。

## 【0060】

## 実施例2

未架橋1,2-ポリブタジエン（ジェイエスアール株式会社製、品名「JSR

「R B 8 3 0」)を55質量部とし、未架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体(東ソー株式会社製、品名「ウルトラセン630」)を45質量部とした以外は実施例1と同様にして直径60cm、厚さ3mmの研磨パッドを得た。得られた研磨パッドにおいて、Py-GCによる非水溶性マトリックス中の1,2-ポリブタジエンの含有量は58質量%であった。更に、水溶性粒子の体積割合は実施例1と同じように約21体積%であった。

#### 【0061】

##### 実施例3

未架橋1,2-ポリブタジエン(ジェイエスアール株式会社製、品名「JSR R B 8 3 0」)を70質量部とし、未架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体に換えて未架橋ポリエチレン(日本ポリケム株式会社製、品名「YF30」)を30質量部とした以外は、実施例1と同様に二軸押し出し機により混練した。その後、有機過酸化物(日本油脂株式会社製、品名「パークミルD40」)の添加量を1.0質量部とした以外は実施例1と同様にして直径60cm、厚さ3mmの研磨パッドを得た。得られた研磨パッドにおいて、Py-GCによる非水溶性マトリックス中の1,2-ポリブタジエンの含有量は73質量%であった。更に、水溶性粒子の体積割合は実施例1と同じように約21体積%であった。

#### 【0062】

##### 比較例1

未架橋1,2-ポリブタジエン(ジェイエスアール株式会社製、品名「JSR R B 8 3 0」)100質量部と、水溶性粒子である $\beta$ -サイクロデキストリン(横浜国際バイオ研究所株式会社製、品名「デキシパール $\beta$ -100」、平均粒径20 $\mu$ m)40質量部と、を160°Cに調温された二軸押し出し機を用いて混練した。その後、有機過酸化物(日本油脂株式会社製、品名「パークミルD40」)を0.3質量部添加してさらに混練した。この混練物を170°Cに調温された金型内で18分間保持して架橋処理を行い、直径60cm、厚さ3mmの研磨パッドを得た。得られた研磨パッドにおいて、Py-GCによる非水溶性マトリックス中の1,2-ポリブタジエンの含有量は96質量%であった。更に、水溶性粒子の体積割合は実施例1と同じように約21体積%であった。

## 【0063】

## [2] 成形性の評価

実施例1～3及び比較例1と同様に研磨パッドを各々20枚製造した。但し、脱型を行う時、異なる2つの脱型方法を用いた。一方は、成形品の一端を治具で掴み、成形機横の戴置台までそのまま運搬した。他方は、成形品の下に薄い金属板を挿入し、成形品がたわまないように、この金属板を掴んで成形機横の戴置台までそのまま運搬した。各脱型方法を用いて各々10枚ずつの研磨パッドを製造した。この結果、得られた研磨パッドを観察し、割れ又は亀裂が目視により認められた研磨パッドを数え、製造した総数に対して割れ又は亀裂が認められた割合を算出した。この結果を表1に示した。

## 【0064】

## 【表1】

表1

	非水溶性マトリックス		脱型時の割れ発生率 (%)		摩耗容積 (cm <sup>3</sup> )
	PBD 含有量 (質量%)	縦弾性率 の変化量 (MPa)	補助板 非使用	補助板 使用	
実施例1	72	600	0	0	200
実施例2	58	500	0	0	350
実施例3	73	800	0	0	300
比較例1	96	800	30	0	500

## 【0065】

## [3] 耐摩耗性の評価

実施例1～3及び比較例1で得られた研磨パッドから試験片を切り出し、JIS K 6264に従ってDIN摩耗試験機を用いた摩耗容積を測定した。この結果を表1に併記した。

## 【0066】

## 【4】縦弾性率の温度依存性の評価

固体用の粘弾性測定器（レオメトリック・サイエンティフィック社製、形式「RSA II」）を使用し、2.5 mm × 1.0 mmの短冊状の試験片を用いて、-20～100°C、初期負荷100 g、最大歪み0.01%、周波数0.2 Hzの条件下において引張モードで縦弾性率を測定した。そして、0～80°Cの間の縦弾性率の変化量を算出し、表1に併記した。

## 【0067】

表1の結果より、未架橋非水溶性マトリックスが未架橋PBDのみからなる比較例1では、脱型時に割れを30%の確率で生じており、補助板を使用することが好ましいことが分かる。また、得られた研磨パッドにおいては、縦弾性率の変化量及び摩耗容積が実施例に比べて大きいことが分かる。

これに対して、本発明品である実施例1～3では、脱型時に補助板を使用しなくとも割れを全く生じておらず、比較例に比べると成形性に優れていることが分かる。また、縦弾性率の変化量も600～800 MPaと小さい。特に架橋EVAを含有する実施例1及び実施例2では、比較例1に比べると縦弾性率の変化量が25～38%小さくなっていることが分かる。更に、摩耗容積は200～350 cm<sup>3</sup>であり、比較例1に比べると30～60%小さくなっていることが分かる。従って、架橋PBDに加えて他の架橋重合体を含有する研磨パッドでは、成形性及び耐摩耗性に優れていることが分かる。また、特に他の架橋重合体が架橋EVAである場合には縦弾性率の変化量が低減されることが分かる。

## 【0068】

## 【発明の効果】

本発明の研磨パッド用組成物によると、優れた研磨性能を有する研磨パッド及び複層型研磨パッドを効率よく、安定して得ることができる。また、耐摩耗性に優れた研磨パッド及び複層型研磨パッドを得ることができる。

他の架橋重合体が、架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体、架橋ポリエチレン重合体、架橋アクリロニトリル-スチレン-ブタジエン共重合体、及び架橋スチレン-ブタジエン-スチレン共重合体のうちの少なくとも1種である場合は、特に

優れた成形性及び耐摩耗性を得ることができる。

本発明の研磨パッドによると、耐摩耗性に優れ、安定した研磨性能を長期にわたくて発揮させることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 成形性及び耐摩耗性に優れた研磨パッド用組成物及びこれを用いた研磨パッドを提供する。

【解決手段】 未架橋1, 2-ポリブタジエンと、未架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体と、 $\beta$ -サイクロデキストリン粒子と有機過酸化物とを含有する混練物を金型を内で架橋処理し、研磨パッドを得る。得られる研磨パッドは、10質量%以上の架橋1, 2-ポリブタジエン及び架橋エチレン-酢酸ビニル共重合体を含有する非水溶性マトリックスと、非水溶性マトリックス中に分散され、 $\beta$ -シクロデキストリンからなる水溶性粒子とを含有する研磨パッド用組成物からなる。

【選択図】 なし

出願人履歴情報

識別番号 [000004178]

1. 変更年月日 1997年12月10日

[変更理由] 名称変更

住 所 東京都中央区築地2丁目11番24号

氏 名 ジェイエスアール株式会社